

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-075170

(43)Date of publication of application : 15.03.2002

(51)Int.Cl.

H01J 7/18

H01J 9/02

H01J 9/39

H01J 11/02

H04N 5/66

(21)Application number: 2000-256821

(71)Applicant : SUMITOMO METAL IND LTD

(22)Date of filing : 28.08.2000

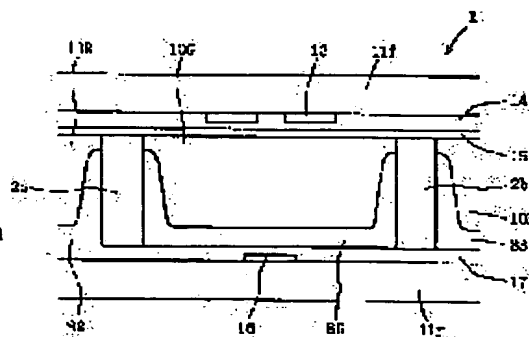
(72)Inventor : UCHIYAMA ICHIRO  
SAKAI TOSHIHIKO  
OHASHI YOSHIHISA  
KAMINAKA HIDEYA

## **(54) GETTERING MATERIAL, FLAT DISPLAY PANEL AND THEIR MANUFACTURING METHODS**

**(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a FDP(a flat display panel) which can suppress the influence of an impurity gas accompanying manufacturing and realize high quality with a low cost.

**SOLUTION:** A paste-like or a sheet-like gettering material, of which the main components are a mixture of at least either material of ceramics or glass, which is selected from among a group consisting of ceramics and glass, and an alloy having gas absorptivity is used for manufacturing of a FDP. This FDP manufactured by using the getter material has a front panel member 11f, a back-panel member 11r and barrier ribs 2a, 2b fixed between both the panel members, and the barrier ribs 2a, 2b are formed by a composite material, which is dispersed of an alloy having gas absorptivity into a matrix comprising at least either the ceramics or glass selected from among the group consisting of ceramics and glass.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

**[Date of final disposal for application]**

[Patent number]

**BEST AVAILABLE COPY**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 セラミックスおよびガラスよりなる群から選ばれた少なくともいずれかの材料とガス吸収能力を有する合金との混合物を主成分とするペースト状またはシート状のゲッター材料。

【請求項 2】 前記混合物における前記合金の含有量が 1 質量%～10 質量%である請求項 1 に記載のゲッター材料。

【請求項 3】 前面パネル材、背面パネル材およびそれらの間に設けられる隔壁またはスペーサーを有するフラットディスプレイパネルであって、前記隔壁または前記スペーサーが、セラミックスおよびガラスよりなる群から選ばれた少なくともいずれかの材料からなるマトリックス中にガス吸収能力を有する合金が分散された複合材料により形成されているフラットディスプレイパネル。

【請求項 4】 請求項 3 に記載のフラットディスプレイパネルの製造方法であって、請求項 1 または 2 に記載のゲッター材料を使用して背面パネル材上に隔壁またはスペーサーのパターンを形成する工程、

前記背面パネル材上に形成された前記パターンを不活性雰囲気中で焼成する工程、

必要な最高温度での前記パターンの焼成により得られた隔壁またはスペーサーを冷却する過程において、前記不活性雰囲気中に酸素を導入して、前記隔壁または前記スペーサーを酸化する工程、

前記隔壁または前記スペーサーを挟んで、前記背面パネル材に前面パネル材を接合し、それらの間の空間を不活性雰囲気または真空にする工程、および接合された前記パネル材を加熱して、前記隔壁または前記スペーサーのゲッタリング機能を活性化させる工程を有するフラットディスプレイパネルの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、所定の系において不純物を除去または不活性化するための材料であるゲッター材料、ならびにそれを用いたフラットディスプレイパネル（FDP）およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】FDPの代表例であるプラズマディスプレイパネル（PDP）は、たとえば、2枚のガラス基板で多数の隔壁を挟む構造を有し、その構造に蛍光体や電極が配置され、表示セルが形成されている。このセル内で放電・発光させることにより画像が表示される。図1はAC型PDPの一例を示している。PDP1において、前面ガラス基板11f上には表示電極13、誘電体層14および保護膜15が設けられている。背面ガラス基板11rには、アドレス用電極16および誘電体層17が設けられている。前面ガラス基板11fと背面ガラ

ス基板11rとの間には、隔壁2aおよび2bが設けられ、これらの隔壁によって仕切られた空間内には、特定の色（たとえば緑）のための蛍光体層8Gが收容される。隔壁2aと2bとの間にあり、蛍光体層8G、表示電極13およびアドレス用電極16が設けられた部分は、特定の色（たとえば緑）のためのプラズマ放電セル10Gを構成する。PDP1ではこのようなプラズマ放電セルが隔壁を介して多数配列される。たとえば、隔壁2aを介してプラズマ放電セル10Gの隣には、特定の色（たとえば赤）のための蛍光体層8Rを收容する赤色表示用のプラズマ放電セル10Rが設けられる。隔壁2bを介してプラズマ放電セル10Gの隣には、青色用の蛍光体層8Bを收容する青色用プラズマ放電セル10Bが設けられる。

【0003】PDPの隔壁製造方法に関し、たとえば特開平2-114430号公報は、前面ガラス板上にガラスペーストを厚膜スクリーン印刷し、焼成することによって隔壁を形成する方法を開示している。

【0004】特開平6-36683号公報は、ガラス基板上に隔壁用ペースト、耐サンドブラストペーストを順に付与した後、サンドブラスト処理によって不要部分を除去した後、焼成する方法を開示している。同様の製造方法として、予めシート形状とした隔壁材料をガラス基板に貼り付けた後、サンドブラスト処理により不要部分を除去する方法や、感光性樹脂を利用した方法も知られている。

【0005】蛍光体層の形成には、隔壁と同様にスクリーン印刷法やサンドブラスト法が用いられる。

【0006】このような方法により隔壁や蛍光体層を形成した背面ガラス基板と、表示電極、誘電体層および保護膜などを形成した前面ガラス基板とは低融点のガラスを挟んで組み立てた後、熱処理を施すことにより封着一体化される。その後、パネル内を真空排気し、たとえばHe-XeやNe-Xeなどの放電ガスを、たとえば200～500Torrの圧力で封入することによりPDPが得られる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】上記の方法により製造されるPDP内部には、放電ガス中に含まれている不純物ガスや、隔壁などに含まれるガラスや残留樹脂成分、誘電体層、電極などから微量ながら放出されるガスが存在する。これらのガスの具体例として、水蒸気、酸素、窒素、炭酸ガスなどが挙げられ、これらが、パネル内に存在すると放電ガスのエネルギーを吸収したり、あるいは電極を酸化するなどして、プラズマ放電を不安定にしたり、放電セルの寿命を縮めるといった問題があった。さらにパネル製造後長時間使用しない場合、たとえば組み込みまでのパネル保管期間が長期にわたるような場合には、パネル中の不純物ガス量が増加するために、プラズマ放電が発生せず放電機能そのものが消失してしまう

こともある。

【0008】また、上記のパネル内排気工程においては、狭い空間内に多数の隔壁が設けられているため、排気抵抗が大きく、長時間を要するために生産性が悪いといった問題や、不純物ガスを完全に排気することができないため上記のような問題を起こすことがあった。

【0009】PDP以外のFDPとして、たとえばプラズマアドレス液晶ディスプレイ（PALCD）は、液晶ディスプレイのアドレスにプラズマ放電を利用したもので、PDPと同様に隔壁や電極を形成したディスプレイである。そのため不純物ガスがパネル内に存在すると上記のPDPと同様の問題がある。

【0010】またフィールドエミッションディスプレイ（FED）は、CRTと同じ電子線励起蛍光体発光を利用したディスプレイであり、2枚の基板に挟まれた真空空間中に多数の電子源と蛍光体が配置される。このディスプレイにおいては電子ビームを発生させるために真空保持が必要であり、PDPなどと同様にパネル内部の不純物ガスを除去する必要がある。

【0011】本発明の目的は、上記問題点を解決することであり、具体的には、FDP等の装置に伴う不純物ガスの影響を抑制するための技術を提供することである。

【0012】本発明のさらなる目的は、低コストで品質の高いFDPを提供することである。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者は、FDPのように減圧あるいは希ガス雰囲気被封入された装置中に設置することで、装置の性能向上や長寿命化が可能となるゲッター機能を持つ材料について検討した。その結果、ガラス成分および／またはセラミックス成分とゲッターリング機能を有するガス吸収合金とを組合せた材料が、装置空間内にゲッターリング機能を有する構造物を容易にかつ効果的に形成するのに有用であることを見出した。

【0014】また本発明者は、FDPの内部において、前面パネルと背面パネルとを支持する隔壁またはスペーサを、そのようなゲッター材料によって形成することで、パネル内部の不純物ガスを吸収したり、真空度を保つことが容易になり、低コストに性能の安定したFDPが得られることを見出した。

【0015】かくして、本発明により、セラミックスおよびガラスよりなる群から選ばれた少なくともいずれかの材料とガス吸収能力を有する合金との混合物を主成分とするペースト状またはシート状のゲッター材料が提供される。このゲッター材料で、該混合物における該合金の含有量は1質量%～10質量%であることが好ましい。特に、本発明によるゲッター材料は、FDP製造用とすることができる。

【0016】さらに本発明により、前面パネル材、背面パネル材およびそれらの間に設けられる隔壁またはスペーサを有するフラットディスプレイパネルが提供さ

れ、該フラットディスプレイパネルは、隔壁またはスペーサが、セラミックスおよびガラスよりなる群から選ばれた少なくともいずれかの材料からなるマトリックス中にガス吸収能力を有する合金が分散された複合材料により形成されているものである。典型的に、該複合材料は焼結体である。

【0017】さらに本発明によりフラットディスプレイパネルの製造方法が提供され、該製造方法は、上記ゲッター材料を使用して背面パネル材上に隔壁またはスペーサのパターンを形成する工程、背面パネル材上に形成されたパターンを不活性雰囲気中で焼成する工程、必要な最高温度でのパターンの焼成により得られた隔壁またはスペーサを冷却する過程において、不活性雰囲気中に酸素を導入して、隔壁または前記スペーサを酸化する工程、隔壁またはスペーサを挟んで、背面パネル材に前面パネル材を接合し、それらの間の空間を不活性雰囲気または真空にする工程、および接合されたパネル材を加熱して、隔壁またはスペーサのゲッターリング機能を活性化させる工程を有する。

【0018】特に、本発明によるゲッター材料は、真空や希ガス雰囲気が封入された表示装置等の内部構造を形成するのに適したものであり、とりわけ、CRTに代わる薄型または大型ディスプレイとして期待されるPDP、PALCD、FEDなどのFDP、およびその他の装置、たとえば高輝度ランプなどの内部構造を形成するのに適したものである。

【0019】本発明によるゲッター材料を使用してFDPの前面基板と背面基板を支持する隔壁やスペーサを形成すれば、FDPの動作に悪影響を及ぼす可能性のある水素、水蒸気、酸素、一酸化炭素、二酸化炭素、窒素などの不純物ガスをゲッターリングしたり、あるいは、FDP内部の真空度を維持することができる。このような作用効果は、パネルの性能向上や長寿命化につながる。また、本発明によるゲッター材料を使用すれば、パネル製造工程における排気時間を短縮することも可能である。以下、本発明をさらに詳細に説明する。

【0020】

【発明の実施の形態】たとえばPDPの場合、ガラス基板上の放電セルを隔てる隔壁は、上記ペースト状あるいはシート形状のゲッター材料をバタニングし、焼結することによって形成することができる。この場合、PDP内部に封入した放電ガスに不純物ガスが含まれていたり、パネル内部に含まれるガラスや残留樹脂成分、誘電体層、電極などからガスが放出されたり、また排気が不十分であるために不純物ガスが残留したとしても、隔壁にガス吸収合金が含有されているため、不純物ガスを隔壁中に吸収させることが可能となり、プラズマ放電が安定し、放電セルの長寿命化が可能となる。また放電セルの内部に存在する隔壁にガス吸収合金が含有されるため、パネル全体において均一に不純物ガスを除去するこ

とができ、たとえばパネルの外周部にゲッターリング機能を有する素材を配置した場合のようにパネル内で局所的に放電が不安定になるといった問題が発生しにくくなる。

【0021】本発明に用いることができるガス吸収合金としては、水蒸気、酸素、窒素、炭酸ガスについて不可逆的なガス吸収性を持ち、He、Ne、Xeなどの不活性ガスを吸収しないものが適している。そのような合金としてたとえばジルコニウム合金が好ましい。ジルコニウム合金の具体例には、Zr-Ni系合金たとえば $Zr_{20}Ni_{80}$ 、Zr-Al系合金たとえば $Zr_{20}Al_{80}$ 、Zr-V-Ni系合金たとえば $Zr_{30}V_{50}Ni_{20}$ 、Zr-Ni-Fe系合金たとえば $Zr_{25}Ni_{15}Fe_{60}$ 、Zr-Fe-V系合金たとえば $Zr_{70}Fe_{5}V_{25}$ 、Zr-V-Fe-Ni系合金たとえば $Zr_{50}V_{30}Fe_{19}Ni_1$ などがある。

【0022】本発明によるゲッター材料の主成分であるガラスやセラミックスに特に制限はないが、たとえばガラスには鉛系ガラスや亜鉛系ガラスなどの一般的な低融点ガラスが利用でき、またセラミックスにはシリカ、アルミナ、ジルコニアなど比較的高強度の材料を用いることができる。また、低融点のガラスと高強度セラミックスとの複合組成とすることで、500℃程度の低温焼結で機械的強度の高い緻密な構造物を得ることができ、たとえば隔壁の焼結時に共に熱処理されるガラス基板が軟化し変形するといった悪影響を抑制できる。

【0023】本発明によるゲッター材料は、ガラスおよび/またはセラミックス、ならびにガス吸収合金の他、ペースト状またはシート状の形態を保持するための成分、たとえば、樹脂等の結合剤、溶剤、分散剤、増粘剤などを含有することができる。好ましい態様において、本発明によるゲッター材料は、上記ガラスと上記セラミックスを重量比でたとえば1:1程度の割合で混合して得られる粉末に、ガス吸収能力を有する合金をたとえば5質量%添加し、次いでこの混合粉末に樹脂としてポリビニルブチラルなどたとえば10質量%程度添加し、テレビネオールなどの適量の溶剤と、必要に応じて分散剤などを添加および混合することでペースト状のものを得ることができる。また、上記セラミックスと上記ガラスの混合粉末に、10質量%程度のポリビニルブチラルなどの樹脂と、トルエンやブタノールなどの溶剤を添加することによりスラリーを調製し、これをドクターブレード法などによってシート形状とすることができる。

【0024】本発明のゲッター材料に含まれる樹脂には、ポリビニルブチラル以外に、400~500℃程度の熱処理で焼失するアクリル樹脂、ポリオレフィン樹脂、フッ素系樹脂などの熱可塑性樹脂を用いることができ、不活性雰囲気中での熱分解性に優れるアクリル樹脂はより好ましい材料である。

【0025】本発明のゲッター材料においてガス吸収能力を有する合金の配合比を大きくし過ぎると、構造物の機械的強度を低下させたり、絶縁性を低下させる場合がある。また、合金の配合比を小さくし過ぎると十分なガス吸収効果が得られない。そのような観点から好ましい添加量は、ガラスおよび/またはセラミックスと該合金の混合物に対し、1質量%~10質量%程度である。また本発明のゲッター材料において、セラミックスおよび/またはガラスとガス吸収合金とができるだけ均一に混合されていることが望ましい。セラミックスとガラスがどのような比率であっても本発明の効果を損なうものではないが、FDPの隔壁としての機能を確保する観点からは、質量比でセラミックス:ガラス=20:80~60:40が好ましい混合比である。ガラスの比率が80%を超えると隔壁としての機械的強度が不足することがあり、またガラスの比率が40%を下回ると一般的な隔壁焼結温度の550℃~600℃での緻密化が不十分となり、機械的強度が不足したり絶縁性が不足することがある。

【0026】本発明によるFDPの製造方法では、たとえば、上述したゲッター材料を、隔壁またはスペーサーを形成するため、背面パネルを構成するガラス基板の表面にパターンニングする。次いでパターンニングしたゲッター材料を不活性雰囲気中で焼成し、その冷却課程の少なくとも一部において不活性雰囲気中に酸素を導入する。この酸素導入により、ゲッター材料の焼成により形成された隔壁またはスペーサーの表面を酸化させる。次いで、背面パネルと前面パネルを接合し、その間の空間を不活性雰囲気または真空中に封止すればよい。次いで、隔壁またはスペーサーのゲッターリング機能を活性化させるために、隔壁またはスペーサーを加熱する。

【0027】さらにPDPを例に取りより詳細に製造方法を説明する。まず、PDPの背面ガラス基板の表面に印刷法や蒸着法などでアドレス電極や誘電体層を予め形成しておく。次いで本発明のゲッターリング材料であるペーストまたはシートをガラス基板上に付与する。ペーストであれば、スクリーン印刷法などで隔壁またはスペーサーに対応するパターンに塗布することができる。シートであれば、ガラス基板に熱圧着法で圧着したり、あるいは一般的な接着剤によって接着することができ、次いで隔壁またはスペーサーの形状にするために、良く知られているサンドブラスト法などによって不要部分を除去してやればよい。さらに赤、青、緑用の蛍光体材料を隔壁またはスペーサーを形成するゲッターリング材料の表面にスクリーン印刷法などによって形成した後、たとえばAr雰囲気などの不活性雰囲気中でゲッターリング材料および蛍光体層を焼成すればよい。焼成により、セラミックスおよび/またはガラスからなるマトリックス中にガス吸収合金が分散された複合材料からなる隔壁またはスペーサーが得られる。一般に該複合材料は焼結体であ

る。焼成工程により、隔壁またはスペーサー上に蛍光体層が形成された構造が得られる。

【0028】ここで、ガス吸収合金の表面は通常酸化物や窒化物などの不活性な表面被膜に覆われているが、上記のように不活性雰囲気中で加熱すると、表面不活性層を形成していた酸化物や窒化物などが合金内部に拡散しガス吸収が開始される。このようにガス吸収合金の表面層が活性化されると、大気中などでの取り扱いができるようになるため、パネル製造工程に支障を来すことがある。これを防止するため、上記焼成工程における最高温度での加熱後の冷却工程において、不活性雰囲気中に少量の酸素を導入し、ガス吸収合金の表面部分に酸化層を形成すればよい。表面が酸化されたガス吸収合金は大気中に曝されてもガスを吸収することがないため、以後のパネル製造工程を大気中で行うことが可能になる。酸素の導入を開始する温度は、ガス吸収合金の種類にもよるが100℃程度でよく、また酸素濃度は、たとえば1000ppm程度でよい。

【0029】以上の方法により形成された隔壁またはスペーサーおよび蛍光体層を有する背面ガラス基板と、所定のパターンの表示電極、誘電体層および保護膜を形成した前面ガラス基板とをガラスペーストなどを用いて封着した後、両ガラス基板間の空間を真空排気し、そこに放電ガスを充填する。

【0030】封着されたガラス基板間に放電ガスが充填されて以後は、ガス吸収合金が大気に曝されることがない。そこで、この真空排気工程もしくは放電ガスの充填工程と同時に、もしくはその後に、たとえば400℃以上に加熱することでガス吸収合金の表面を活性化し、ガス吸収を開始させることができる。

【0031】ガス吸収合金の活性化処理は、合金の種類、パネル内部の雰囲気、気圧、熱処理時間などに依存するものではあるが、おおよそには250℃～500℃で10分～1時間程度の処理で活性化効果を得ることができる。以上の工程により図1に示すような構造のPDPを得ることができる。得られたPDPにおいて、前面ガラス基板と背面ガラス基板との間に設けられている隔壁またはスペーサーは、セラミックスおよび／またはガラスからなるマトリックス中にガス吸収合金が分散された複合材料からなる。

【0032】

【実施例】以下のプロセスにより、図1に示すような構造のPDPを製造した。まず、市販のソーダガラス基板表面に所定のパターンで表示電極、誘電体層および保護膜を形成し前面パネルとした。

【0033】次いで粒径10μm以下に粉碎したZr-V-Fe合金（組成：Zr<sub>70</sub>V<sub>25</sub>Fe<sub>5</sub>）、市販の鉛系ガラス粉末、シリカ粉末、およびアルミナ粉末を混合した後、アクリル樹脂20質量%テレピネオール溶液を15質量%添加、混合し、表1に示す隔壁用ペーストを調製した。なお、表1中の%は質量%を示す。比較例として鉛系ガラス粉末、シリカ粉末、およびアルミナ粉末を混合した後、アクリル樹脂溶液を添加、混合した隔壁用ペーストを調製した。ソーダガラス基板にあらかじめアドレス用電極および誘電体層を形成しておき、スクリーン印刷法によって上記ペーストを所定の形状に塗布した後、乾燥した。印刷と乾燥とを数回繰り返すことにより隔壁形状を得た後、Ar雰囲気中550℃で焼成し、その冷却工程において100℃から酸素を1000ppm導入した。得られたガラス基板上の隔壁側面およびセル底面にスクリーン印刷法により蛍光体層を形成した後、Ar雰囲気中で焼成し、同様に冷却時に酸素を導入することにより背面パネルを得た。背面パネルに形成された隔壁は、鉛系ガラス、シリカおよびアルミナからなるマトリックス中にZr-V-Fe合金が分散された複合焼結体からなっていた。

【0034】得られた前面パネルと背面パネルとを、隔壁を挟んで市販のガラスペーストにより一体化・封着した後、真空ポンプを接続し、10<sup>-3</sup>Paまで排気した。一旦真空排気を停止した後、400℃で30分間加熱した。次いで、再度真空排気し、10<sup>-4</sup>Paまでの到達時間を測定した。また10<sup>-4</sup>Paに到達後、加熱および排気を停止し、その後パネル内の不純物ガス発生に伴う真空度の変化を測定した。

【0035】表2に示すように、本発明による実施例においては、従来のPDPである比較例に比べ排気時間が短縮された。また表3に示すように、本発明の実施例においては、パネル内で不純物ガスが発生してもそれが隔壁部により吸収されるため真空度の低下がほとんど認められなかった。

【0036】

【表1】

	セラミックス	ガラス成分	ガス吸収合金
実施例 1	アルミナ 9.5 % シリカ 38 %	鉛系ガラス 47.5 %	Zr-V-Fe 系合金 5 %
実施例 2	シリカ 9 % アルミナ 36 %	鉛系ガラス 45 %	Zr-V-Fe 系合金 10 %
比較例 1	シリカ 10 % アルミナ 40 %	鉛系ガラス 50 %	無添加

【0037】

【表 2】

	$1 \times 10^{-4}$ Pa までの到達時間
実施例 1	55 分
実施例 2	48 分
比較例 1	5 時間

【0038】

【表 3】

	真空度の変化 (Pa)		
	1 時間後	24 時間後	96 時間後
実施例 1	$2 \times 10^{-4}$	$3 \times 10^{-4}$	$3 \times 10^{-4}$
実施例 2	$2 \times 10^{-4}$	$2 \times 10^{-4}$	$3 \times 10^{-4}$
比較例 1	$4 \times 10^{-4}$	$9 \times 10^{-4}$	$8 \times 10^{-3}$

【0039】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、真空や希ガス雰囲気被封入された表示装置などについて、高性能化、長寿命化が可能となる。特に、本発明によるゲッター材料は、従来と同等の製造プロセスで、低コストに高性能および長寿命の FDP をもたらすことができ、その工業的利用価値は大きい。

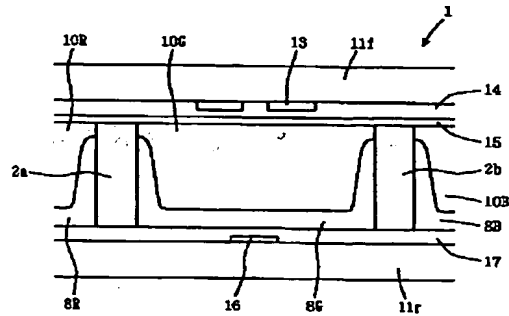
【図面の簡単な説明】

【図 1】 PDP の構造を示す概略断面図である。

【符号の説明】

1 PDP、2a, 2b 隔壁、11f 前面ガラス基板、11r 背面ガラス基板、13 表示電極、14 誘電体層、15 保護膜、16 アドレス用電極、17 誘電体層。

【図 1】



フロントページの続き

(72)発明者 大橋 善久

兵庫県尼崎市扶桑町 1 番 8 号 住友金属工  
業株式会社エレクトロニクス技術研究所内

(72)発明者 上仲 秀哉

兵庫県尼崎市扶桑町 1 番 8 号 住友金属工  
業株式会社エレクトロニクス技術研究所内

F ターム(参考) 5C012 AA09

5C027 AA09

5C035 JJ11

5C040 FA01 GF19 HA08 KA02 MA26

MA30

5C058 AA11 AB06 BA35

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**